



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК  
КОМИТЕТ ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ  
при СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

## АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

382678

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР,  
Комитет по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР  
выдал настоящее свидетельство

**Украинскому научно-исследовательскому институту  
спиртовой и ликеро-водочной промышленности**

на изобретение

**"Способ выделения спиртов из сивушного  
масла"**

по заявке № 1705742 с приоритетом от 12 октября 1971г.

автор **и** изобретения: **ОСИПЕНКО Алексей Афанасьевич  
и другие, указанные в прилагаемом описании**

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Союза ССР

28 февраля 1973г.

Действие авторского свидетельства распро-  
страняется на всю территорию Союза ССР

Председатель  
Комитета

Начальник отдела



Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
Совета Министров СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

**382678**

Зависимое от авт. свидетельства –

Заявлено 12.X.1971 (№ 1705742/28-13)

с присоединением заявки № –

Приоритет –

Опубликовано 23.V.1973. Бюллетень № 23

Дата опубликования описания 9.XI.1973

М. Кл. С 12f 108

С 07с 3100

В 01d 336

УДК 663.551.2 (088.8)

Авторы  
изобретения

**В. Г. Артюхов, А. А. Осипенко, Н. П. Киселев, А. С. Егоров,  
Д. С. Березникова, В. В. Коландо, Б. И. Хвоцин, М. Я. Караваев  
и А. Н. Толмачев**

Заявитель

**Украинский научно-исследовательский институт спиртовой  
и ликеро-водочной промышленности**

## СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ СПИРТОВ ИЗ СИВУШНОГО МАСЛА

Известен способ выделения спиртов из сивушного масла путем обработки его щелочью, удаления из сивушного масла продуктов нейтрализации и полимеризации примесей, обезвоживания азеотропно-экстрактивной ректификацией с разделяющим агентом с последующим ректификационным разделением безводного масла на пропанол, изобутанол и изоамилол.

По предлагаемому способу выделения спиртов из сивушного масла снижаются энергетические затраты на проведение процессов ректификации и сокращается расход разделяющего агента на обезвоживание.

Это достигается тем, что перед обезвоживанием осуществляют предварительное фракционирование сивушного масла на фракционирующей колонне с отбором концентрированного этанола, воды, безводной изоамилольной и пропанол-изобутанольной фракций. При этом на обезвоживание азеотропно-экстрактивной ректификацией направляют пропанол-изобутанольную фракцию, используя в качестве разделяющего агента безводную изоамилольную фракцию, полученную при фракционировании.

Удаление продуктов нейтрализации и полимеризации примесей осуществляют непосредственно в процессе фракционирования, выводя их из выварной части фракционирующей колонны с загрязненным кубовым погоном.

Загрязненный погон, водную фракцию фракционирующей колонны и водную часть дистиллята, полученную при обезвоживании, направляют для извлечения содержащихся в этих продуктах спиртов перегонкой на очистную перегонную колонну.

На чертеже изображена установка для осуществления предлагаемого способа.

Она содержит фракционирующую колонну 1 с дефлегматором 2 и конденсатором 3, обезвоживающую колонну 4 с дефлегматором 5 и конденсатором 6 и очистную колонну 7 с конденсатором-холодильником 8.

Для конденсации паров изоамилола служит конденсатор 9. Для разделения гетерогенного дистиллята очистной 7 и обезвоживающей 4 колонн имеются разделительные сосуды 10 и 11. Дефлегматор 5 служит для подогрева сивушного масла. В реакторе 12 сивушное масло обрабатывается щелочью и выдерживается.

Теплообменник 13 служит для подогрева водной части дистиллятов, отбираемых из разделительных сосудов 10 и 11 в очистную колонну 7.

Раствор щелочи подготавливается в сборнике 14. Конденсатор 15 служит для улавливания алкоголя из неконденсирующихся газов, которые отводятся из колонн.

Сивушное масло из напорного сборника 15 направляют в дефлегматор 5, где его подогревают теплом конденсируемых паров изоамилового спирта. В подогретое до 85°C сивушное масло дозируют из расходного сборника 14 раствор щелочи NaOH, после чего сырье выдерживают в реакторе 12 ~ 30 мин. После выдерживания из раствора масло вводят в фракционирующую колонну 1.

В колонне 1 осуществляют технологический режим с флегмовым числом 8–10. При этом этанол концентрируется на верхних тарелках и отбирается из конденсатора 3. Контроль отбора этанола осуществляют по температуре паров над верхней тарелкой этой колонны. Чтобы не допустить отбора с этой фракцией пропанола, на верхних тарелках колонны поддерживают высокую концентрацию этанола (94–96 об.%), при которой температура над верхней тарелкой будет 78,5–79,5°C. При повышении температуры паров отбор этанола уменьшают, в противном случае – увеличивают. При расходе пара, необходимом для обеспечения флегмового числа 8–10, на выварных тарелках вода исчерпывается из сивушного масла и поднимается в концентрационную часть. В куб колонны поступает изоамилол, который с примесью изобутанола при температуре 125–128°C отбирается из паровой фазы нижних тарелок на конденсатор 9.

Вода, увлеченная парами в концентрационную часть, концентрируется на тарелках, соседних с питательной. Температура в зоне этих тарелок колеблется в пределах 92–96°C. Продвижение паров воды в верхнюю часть колонны ограничивается высокой концентрацией на этих тарелках низкокипящих этанола и пропанола.

Для накопления и отвода воды колонна имеет аккумулятор, к которому подсоединен смотровой фонарь 16. Накопление воды наблюдается визуально. По мере концентрирования, о чем судят по величине водного слоя в фонаре 16, водную фракцию отводят в очистную колонну 7.

Пропанол и изобутанол отбираются при температуре 88–90°C с промежуточных тарелок фракционирующей колонны, расположенных между аккумулятором воды и верхней зоной концентрирования этанола. Эта фракция имеет концентрацию спиртов 85–90 об.%, содержит до 15% воды и выводится в обезвоживающую колонну 4 на ее питательную тарелку.

В колонне 4 обезвоживание осуществляется в процессе азеотропно-экстрактивной ректификации. Разделяющим агентом является конденсат азоамилола, поступающий в горячем виде из конденсатора 9 на верхнюю тарелку колонны 4. При температуре на верхней тарелке 92–96°C пары из колонны увлекают воду и образуют гетерогенный конденсат, который отводится из конденсатора 6 в разделительный сосуд 11. На выходном штуцере конденсатора 6 установлен гидрозатвор для того, чтобы охладить конденсат, задерживая его в нижней части конденсатора.

Спиртовой слой из разделительного сосуда 11 отводится на верхнюю тарелку обезвоживающей колонны 4. Перед вводом в колонну он подогревается до температуры

85–88°C в конденсаторе 9 теплым паром обезвоживающей колонны 4. Водный слой из сосуда 11 направляется в очистную колонну 7 для извлечения из него алкоголя. Безводный продукт обезвоживающей колонны 4 представляет собой раствор изоамилола, изобутанола и *n* пропанола, который отводится при температуре 118°C на ректификационные колонны, служащие для выделения изоамилола и разделения бинарной смеси изобутанол-пропанол.

В очистную колонну 7, кроме водного слоя из разделительного сосуда 11 поступает кубовый погон из фракционирующей колонны 1.

Отбор погона составляет 3–5% от количества сивушного масла и этого достаточно, чтобы выводить из куба нелетучие продукты щелочной обработки сырья.

В очистной колонне 7 осуществляется перегонка с открытым водяным паром. Изоамиловый спирт, поступающий с кубовым погоном, и другие спирты водной фракции разделительного сосуда 11 удаляются с парами в конденсатор-холодильник 8. Температура на верхней тарелке равна 90–94°C.

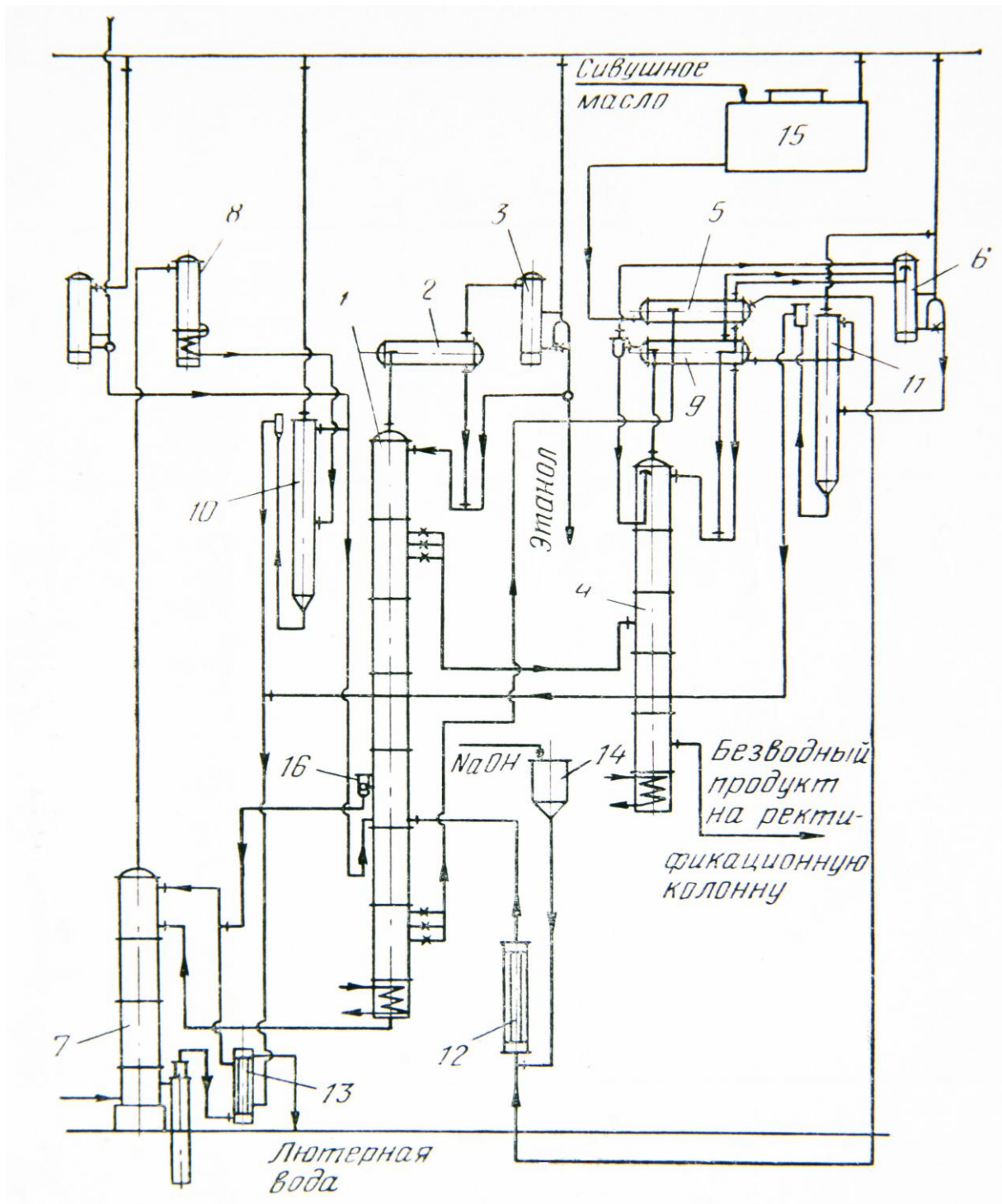
Конденсат гетерогенен благодаря большому содержанию изоамилола и разделяется в разделительном сосуде 10. Спиртовой слой из сосуда 10 отводится на питательную тарелку фракционирующей колонны 7, а водный – на теплообменник 13, где подогревается вместе с водным слоем разделительного сосуда 11 теплом лютерной воды, выводимой из очистной колонны 7.

#### Предмет изобретения

1. Способ выделения спиртов из сивушного масла путем обработки его щелочью, удаления из сивушного масла продуктов нейтрализации и полимеризации примесей, обезвоживания азеотропно-экстрактивной ректификацией с разделяющим агентом с последующим ректификационным разделением безводного масла на пропанол, изобутанол и изоамилол, *отличающийся* тем, что, с целью снижения энергетических затрат на проведение процессов ректификации и сокращения расхода разделяющего агента на обезвоживание, перед обезвоживанием осуществляют предварительное фракционирование сивушного масла на фракционирующей колонне с отбором концентрированного этанола, воды, безводной изоамилольной и пропанол-изобутанольной фракций, при этом на обезвоживание, азеотропно-экстрактивной ректификацией направляют пропанол-изобутанольную фракцию, используя в качестве разделяющего агента безводную изоамилольную фракцию, полученную при фракционировании.

2. Способ по п. 1, *отличающийся* тем, что удаление продуктов нейтрализации и полимеризации примесей осуществляют непосредственно в процессе фракционирования, вывода их из выварной части фракционирующей колонны с загрязненным кубовым погоном.

3. Способ по пп. 1 и 2, *отличающийся* тем, что загрязненный погон, водную фракцию фракционирующей колонны и водную часть дистиллята, полученную при обезвоживании, направляют для извлечения содержащихся в этих продуктах спиртов перегонкой на очистную перегонную колонну.



Составитель Г.Субботина

Редактор А.Либкина

Техред Е.Борисова

Корректор А.Дзесова

Заказ 434/1278

Изд. № 591

Тираж 467

Подписное

ЦНИИПИ Государственного Комитета Совета Министров СССР  
по делам изобретений и открытий  
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. Фил. Пред. «Патент»